

**This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

**Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.**

**Defects in the images may include (but are not limited to):**

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : 95 06231

(51) Int Cl<sup>6</sup> : C 09 J 133/02, A 61 K 7/48(C 09 J 133/02, 135:08)

135 81121  
① 2 734 574

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 24.05.95.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 29.11.96 Bulletin 96/48.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule.*

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

(71) Demandeur(s) : PACIFIC CORPORATION — KR.

(72) Inventeur(s) : AHN JONG WEON et LEE WOO  
YOUNG.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : ERNEST GUTMANN YVES  
PLASSERAUD SA.

(54) FEUILLES DE MASQUE ADHESIVES A USAGE COSMETIQUE ET MEDICAL.

(57) On décrit une feuille de masque adhésive constituée d'une couche de renfort (3), d'une couche amovible (2) et d'au moins une couche adhésive (1, 1') contenant des ingrédients actifs, une base adhésive, des alcools polyvalents, des sels métalliques polyvalents, éventuellement des stabilisateurs, éventuellement une charge et éventuellement des polymères hydrosolubles ou gonflables dans de l'eau, caractérisée en ce que ladite base adhésive est constituée d'un copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou éther méthylvinyle/anhydride maléique, et d'un acide polyacrylique ou de sels de celui-ci.

FR 2 734 574 - A1



A

FEUILLES DE MASQUE ADHESIVES A USAGE COSMETIQUE ET  
MEDICAL

1. Domaine de l'invention

La présente invention concerne de nouvelles  
feuilles de masque autocollantes et concerne plus  
particulièrement des feuilles de masque adhésives qui  
5 ont au moins une couche adhésive de type aqueux,  
contenant un acide polyacrylique ou des sels de celui-  
ci ainsi qu'un copolymère éther méthylvinyle/ester  
maléique de monoalkyle ou un copolymère éther méthyl-  
vinyle/anhydride maléique en tant que base adhésive,  
10 présentant ainsi une bonne adhésivité sur la peau et  
une bonne rétention d'eau.

2. Description de l'art antérieur

Ce type de masques pour des usages cosmétiques  
inclut habituellement les pâtes, les crèmes et les  
15 gels. Ces types conventionnels de masques cosmétiques  
sont utilisés par application sur la peau à l'aide d'un  
(de) doigt(s) et doivent être retirés par lavage ou  
décollement après une période de temps prédéterminée.  
Et les matières du masque sont relativement longues à  
20 sécher.

Pour éviter l'ennui de l'utilisation des  
formulations de masques cosmétiques actuelles, il a été  
tenté de fournir une feuille de masque dans laquelle  
les matières cosmétiques actives sont appliquées sur la  
25 feuille.

Par exemple, des formulations de feuille de masque  
cosmétique, dans lesquelles la couche adhésive est  
préparée à partir d'un acide polyacrylique, de  
gélatine, de polymères hydrosolubles tels que la

carboxyméthylcellulose, d'alcools polyvalents et d'eau sont proposées (Cf. JP 54-49334A, 63-162610A, 63-78199A et 1-254612A). Toutefois, ces formulations de feuille de masque cosmétique ont pour inconvénients qu'elles contiennent divers composés différents de haut poids moléculaire et une grande quantité de charges, et qu'une réticulation homogène n'est pas atteinte, ce qui détériore la conservation de leur forme à une température plus élevée (environ 40 °C). Cela a pour effet qu'il reste des matières collantes sur la peau après le retrait de la feuille, ou bien que les feuilles peuvent être aisément détachées de la peau du fait de leur faible adhésivité à celle-ci.

D'autres formulations de feuille de masque cosmétique ont été proposées dans lesquelles le copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique est employé en tant que base adhésive (Cf. JP 60-34924A, JP 61-22012A, JP 58-167510A). Ces formulations de feuille de masque cosmétique ont pour inconvénients de nécessiter l'utilisation concomitante d'un latex pour conférer une adhésivité et de l'adhérence, et de devoir contenir une grande quantité de charges pour conserver leur forme. En outre, leur rétention d'eau est très mauvaise, de sorte qu'elles ne peuvent pas être utilisées sous la forme d'une feuille de masque adhésive de type aqueux. En outre, elles provoquent des irritations de la peau. La formulation de feuille de masque cosmétique décrite dans JP 58-167510A contient une petite quantité de copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique pour le contrôle du pH. Toutefois, cette formulation de masque est aussi non satisfaisante dans la mesure où elle présente une

mauvaise rétention d'eau, une mauvaise conservation de la forme et une faible adhérence.

Une autre formulation de feuille de masque cosmétique ayant une adhérence améliorée à la peau, dont la base adhésive est préparée à partir d'un caoutchouc contenant de l'eau, est proposée dans JP 55-92306A. Toutefois, la formulation de masque à base de caoutchouc a pour inconvénients que l'eau contenue dans la couche adhésive n'est pas dispersée en continu dans la couche et qu'on n'observe pas d'action émolliente efficace de l'eau ni d'absorption des substances actives dans la peau. En outre, comme la couche adhésive est trop fortement collée à la peau, la couche cornée peut aussi être décollée ou la peau peut être irritée lorsque l'adhésif est retiré de la peau. Par conséquent, il est nécessaire de fournir des feuilles de masque adhésives ayant une bonne adhésivité ainsi qu'une bonne rétention d'eau.

Dans ces circonstances, les présents inventeurs ont effectué des recherches approfondies pour fournir des adhésifs ayant une bonne adhésivité et une bonne rétention d'eau et, en conclusion de celles-ci, ont trouvé que l'objectif ci-dessus peut être accompli en employant un éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou un éther méthylvinyle/anhydride maléique ainsi qu'un acide polyacrylique ou des sels de celui-ci en tant que couche adhésive.

Ainsi, un objectif de l'invention est de fournir une feuille de masque constituée d'une couche renfort, d'une bande amovible et d'au moins une couche adhésive contenant des ingrédients actifs, une base adhésive, des alcools polyvalents, des sels métalliques polyvalents, éventuellement des stabilisateurs,

éventuellement une charge et éventuellement des polymères hydrosolubles ou gonflables dans de l'eau,

caractérisée en ce que ladite base adhésive est constituée d'un copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou éther méthylvinyle/-  
5 anhydride maléique, et d'un acide polyacrylique ou de sels de celui-ci.

D'autres objectifs, caractéristiques et applications de la présente invention apparaîtront aux  
10 spécialistes de la technique d'après la description détaillée suivante.

La figure 1 est un mode de réalisation de la feuille de masque ayant une couche adhésive selon la présente invention.

15 La figure 2 est un autre mode de réalisation de la feuille de masque ayant deux couches adhésives selon la présente invention.

Dans les figures 1 et 2, les chiffres 1 et 1' sont des couches adhésives, le chiffre 2 désignant une couche amovible et le chiffre 3 une couche renfort.  
20

Pour la présente invention, la feuille de masque adhésive est constituée d'un support (couche renfort), d'au moins une couche adhésive, et d'une bande séparée, lesdites couches adhésives étant caractérisées en ce  
25 qu'elles contiennent un copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou un copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique ainsi qu'un acide polyacrylique ou des sels de celui-ci, en tant que base adhésive. En outre, les couches adhésives  
30 contiennent des ingrédients actifs, des polymères hydrosolubles ou gonflables dans de l'eau, des alcools polyvalents, des sels métalliques polyvalents et similaires.

Si on utilise seulement des acides polyacryliques ou des sels de ceux-ci en tant que base adhésive de la couche adhésive, la feuille de masque adhésive obtenue présente une mauvaise adhésivité et une mauvaise conservation de forme. En outre, si le degré de réticulation est réduit afin d'améliorer l'adhésivité, la rétention de forme de la feuille de masque adhésive obtenue est détériorée, si bien qu'elle laisse une pâte sur le site d'application après le retrait. En particulier, lorsqu'on utilise une étoffe non tissée en tant que support, les matières actives contenues dans la couche adhésive peuvent passer dans le support en étoffe non tissée.

La combinaison d'un copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou d'un copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique avec un acide polyacrylique ou des sels de celui-ci élimine lesdits problèmes.

Cette combinaison ne détériore pas les propriétés de chaque matière et améliore même leurs propriétés de façon synergique.

Le copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle confère une bonne résistance à la traction et une bonne force d'adhérence à la feuille de masque adhésive, et présente une bonne aptitude à former un film, alors que l'acide polyacrylique ou ses sels fournissent une bonne rétention d'eau, une bonne adhésivité et un bon effet thixotrope durant la formation de la couche adhésive.

La quantité d'acide polyacrylique ou de sels de celui-ci incorporée dans la couche adhésive est entre 2 % en poids et 30 % en poids vis à vis du poids total de la couche adhésive. Le poids moléculaire

d'acide polyacrylique ou de sels de celui-ci est dans la gamme de  $1 \times 10^3$  à  $5 \times 10^7$ . S'il est supérieur à la limite supérieure de la gamme ci-dessus, l'adhésivité à la peau devient mauvaise.

5        Le sel d'acide polyacrylique peut inclure, de façon non limitative, un sel d'ammonium ou de sodium.

La quantité de copolymère éther méthylvinyle/-ester maléique de monoalkyle ou de copolymère éther méthylvinyle/-anhydride maléique est dans la gamme de  
10    5 % en poids à 20 % en poids vis à vis du poids total de la couche adhésive. Le poids moléculaire moyen du copolymère est entre  $1 \times 10^4$  et  $5 \times 10^5$ , et le degré de neutralisation stoechiométrique (pour l'éther méthylvinyle/-anhydride maléique, le degré de  
15    neutralisation dans la forme hydrolysée) est dans la gamme de 1 % à 100 %.

Le groupe alkyle contenu dans le copolymère peut inclure, de façon non limitative, le groupe méthyle, éthyle, propyle, isopropyle, butyle, isobutyle et  
20    similaires. Le copolymère éther méthylvinyle/-anhydride maléique est nettement préféré.

L'acide polyacrylique ou ses sels, et le copolymère sont utilisés sous la forme de solution aqueuse. La couche adhésive peut contenir de 40 % en poids à 85 %  
25    en poids d'eau vis à vis du poids total de la couche adhésive.

Si la feuille de masque est employée pour des objectifs cosmétiques, la couche adhésive peut contenir des matières cosmétiques actives, dont la quantité et  
30    le type ne sont pas limités et peuvent être choisis par un spécialiste de la technique. Par exemple, elles incluent, de façon non limitative, les matières naturelles telles que l'acide hyaluronique, les acides



aminés, les protéines, les hormones, les extraits placentaires et les matières tensioactives, les substances blanchissant la peau, les vitamines et similaires, qui peuvent être utilisées seules ou sous  
5 la forme de mélanges de celles-ci.

Si la feuille de masque est employée pour des objectifs médicaux, la couche adhésive peut contenir des médicaments hydrosolubles ou dispersables dans l'eau, par exemple les anesthésiques, les analgésiques,  
10 les antihistaminiques, les médicaments stimulant la peau, les médicaments anti-inflammatoires, les agents antiviraux, les stéroïdes, les vitamines, qui peuvent être utilisés seuls ou sous la forme de mélanges de ceux-ci.

15 La couche adhésive de la feuille de masque de l'invention contient aussi des alcools polyvalents pour améliorer la rétention d'eau, la flexibilité et la résistance de gel de la couche adhésive. Les exemples d'alcools polyvalents peuvent inclure, de façon non  
20 limitative, la glycérine, le sorbitol, le propylène-glycol, l'éthylèneglycol, le diéthylèneglycol, le 1,3-dibutylèneglycol, le polyéthylèneglycol et le polypropylèneglycol, qui peuvent être utilisés seuls ou sous la forme de mélanges de ceux-ci. Ils peuvent être  
25 incorporés dans la couche adhésive en une quantité de 0,1 à 50 % en poids vis à vis du poids total de la couche.

Un agent de réticulation pour l'acide polyacrylique ou ses sels, et l'éther méthylvinyle/ester maléique  
30 de monoalkyle ou l'éther méthylvinyle/anhydride maléique est un sel métallique polyvalent et peut inclure, de façon non limitative, par exemple, les sels d'aluminium tels que les sulfates d'aluminium et de

métal alcalin, le chlorure d'aluminium, l'hydroxyde d'aluminium, le sulfate d'aluminium, l'acétate d'aluminium, le glycinate d'aluminium et le tartrate d'aluminium, les sels de zinc tels que le chlorure de zinc, l'hydroxyde de zinc et le sulfate de zinc, les sels de magnésium et les sels de calcium. Ils peuvent être utilisés seuls ou sous la forme de mélanges de ceux-ci et la quantité est entre 0,005 % en poids et 5,0 % en poids vis à vis du poids total de la couche adhésive.

La couche adhésive peut aussi contenir un agent stabilisant comme base du gel adhésif des médicaments ou d'autres matières actives. Il peut inclure, de façon non limitative, des agents chélatants tels que l'EDTA, le Na-EDTA, de l'acide lactique, de l'acide citrique, de l'acide tartrique, un acide polyacrylique de bas poids moléculaire. Ils peuvent être utilisés seuls ou sous la forme de mélanges de ceux-ci, en quantité entre 0,001 % en poids et 15 % en poids vis à vis du poids total de la couche adhésive.

La couche adhésive peut aussi contenir des charges, de préférence une charge inorganique. Elle peut inclure, de façon non limitative, le kaolin, la bentonite, l'oxyde de titane, les silicates anhydres et le talc. Elles peuvent être utilisées seules ou sous la forme de mélanges de celles-ci, et la quantité est entre 0,001 % en poids et 30 % en poids vis à vis du poids total de la couche adhésive.

La couche adhésive peut aussi contenir des polymères hydrosolubles ou gonflables dans l'eau. Ils peuvent inclure, de façon non limitative, la sodium-carboxyméthylcellulose, une polyvinylpyrrolidone, un alcool polyvinylique, la gélatine, l'hydroxyméthyl-

cellulose, l'hydroxyéthylcellulose, la gomme arabique et l'alginate de sodium. Ils peuvent être utilisés seuls ou sous la forme de mélanges de ceux-ci, et la quantité est entre 0,01 % en poids et 15 % en poids sur la base du poids total de la couche adhésive.

La couche adhésive de la feuille de masque selon la présente invention peut être formée en une couche unique ou en plusieurs couches.

Les feuilles de masque adhésives de la présente invention peuvent être fabriquées par des techniques communes, et les types de support et de bande amovible peuvent être choisis en fonction des objectifs et usages des feuilles, ce que peut aisément accomplir un spécialiste de la technique.

Par exemple, la feuille de masque adhésive de la présente invention ayant une couche adhésive peut être fabriquée comme suit.

Un copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou éther méthylvinyle/anhydride maléique est dissous ou dispersé dans de l'eau déionisée chauffée, par exemple, à 60 °C puis la solution obtenue est agitée pendant environ 20 à 60 minutes pour effectuer une hydrolyse. La solution est diluée avec des alcools polyvalents. De l'acide polyacrylique seul ou mélangé avec un autre polymère hydrosoluble ou gonflable dans l'eau, dans de l'eau déionisée, est ajouté à la solution ci-dessus et mélangé jusqu'à homogénéité. Ensuite, les ingrédients actifs tels que des médicaments ou des matières cosmétiques actives, les stabilisateurs, les agents de réticulation, les charges, les conservateurs, les agents tensioactifs ou les parfums, qui sont dissous ou dispersés dans de l'eau déionisée ou un mélange d'eau

déionisée et d'alcools polyvalents, sont mélangés avec la solution homogène ci-dessus sous agitation pour donner une solution de couche adhésive.

5 Cette solution de couche adhésive est ensuite appliquée uniformément sur la couche renfort à une épaisseur de 0,05 à 1,0 mm, et une bande amovible est stratifiée sur celle-ci. La feuille de masque ainsi obtenue peut être découpée dans une dimension et une forme désirées, et vieillie pendant environ 7 jours à  
10 température ambiante.

En tant que couche de renfort, on peut utiliser une étoffe non tissée, de la charpie, des tissus à mailles ou des pellicules plastiques.

15 La feuille de masque de l'invention ayant deux couches adhésives peut être fabriquée, en appliquant deux solutions de couche adhésive différentes ou identiques tour à tour sur la bande amovible, ou en collant les bandes amovibles revêtues des deux solutions de couche adhésive ensemble.

20 La présente invention est décrite plus en détail par les exemples non limitatifs suivants.

#### EXEMPLE 1.

25 Une solution d'acide polyacrylique aqueuse à 20 % (20 g) a été mélangée avec une solution de copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoéthyle aqueuse à 25 % (Note 1 ci-dessous) (20 g) pour donner une solution de couche adhésive.

30 15 g de glycérine, 10 g d'un mélange de matières cosmétiques (note 2 ci-dessous), 1 g d'agent tensioactif non ionique (Tween 80 : mono-oléate de polyoxyéthylène (20) sorbitane), 0,5 g de sulfate d'aluminium et d'ammonium (0,055 % en poids d'aluminium), 0,1 g de méthylparabène et 4,5 g de

triéthanolamine ont été dissous dans 14 g d'eau déionisée, et on y a dispersé 13 g de kaolin et 2 g de dioxyde de titane. La dispersion obtenue a été mélangée avec la solution de couche adhésive ci-dessus. Toute  
 5 l'opération de mélange a été effectuée à environ 50 °C.

La solution de couche adhésive ainsi obtenue a été appliquée sur une étoffe non tissée à une épaisseur de 0,5 mm, et une bande amovible a été stratifiée sur celle-ci. La feuille de masque adhésive obtenue a été  
 10 découpée à une forme et une dimension désirées, et vieillie à température ambiante pendant 7 jours.

Note 1 : L'éther méthylvinyle/ester maléique de monoéthyle est fourni sous la forme d'une solution éthanolique ou isopropanolique à 50 % par le fabricant  
 15 (ISP, série Gantrez ES). Par conséquent, il faut ajouter de l'eau déionisée en une quantité de trois fois en volume à l'éther méthylvinyle/ester maléique de monoéthyle, et évaporer l'éthanol ou l'isopropanol à 70 °C sous pression réduite pour donner une solution ou  
 20 dispersion contenant 25 % de produits solides.

Note 2 : Mélange de matières cosmétiques

	Solution d'acide hyaluronique à 0,1 %	3,0 g
	Acide lactique	2,0 g
	Extrait de placenta	0,5 g
25	Huile de paraffine	1,0 g
	Huile de gratte-cul	0,5 g
	Alcool stéarylique	0,2 g
	Mono-oléate de polyoxyéthylène sorbitane	0,1 g
	BHT (butylhydroxytoluène)	0,05 g
30	Eau déionisée	q.s.

## EXEMPLE 2.

Une solution de polyacrylate de sodium à 20 % aqueuse (poids moléculaire moyen en poids : environ  $1 \times 10^4$ ) (20 g) a été mélangée avec une solution aqueuse de copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique dans 20 g d'eau déionisée pour donner une solution de couche adhésive.

Dans une solution de 1,5 g d'hydroxyéthylcellulose dans 17 g d'eau déionisée, on a ajouté 15 g de sorbitol, 10 g de mélange d'ingrédients cosmétiques (note 2 de l'exemple 1), 1 g d'agent tensioactif non ionique (Tween 80 : mono-oléate de polyoxyéthylène (20) sorbitane), 0,2 g de sulfate d'aluminium et d'ammonium (0,032 % en poids d'aluminium), 0,5 g d'EDTA-2Na, 1,0 g d'acide tartrique, 1,7 g d'urée et 0,1 g de méthylparabène.

La solution obtenue a été mélangée avec la solution de couche adhésive ci-dessus. Toute l'opération de mélange a été effectuée à environ 50 °C.

La solution de couche adhésive ainsi obtenue a été appliquée sur une étoffe non tissée à une épaisseur de 0,5 mm, et une bande amovible a été stratifiée sur celle-ci. La feuille de masque adhésive obtenue a été découpée à la forme et aux dimensions désirées, et vieillie à température ambiante pendant 7 jours.

## EXEMPLE 3.

Une solution d'acide polyacrylique à 20 % aqueuse (poids moléculaire moyen en poids : environ  $1 \times 10^4$ ) (20 g) a été mélangée avec une solution de copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoéthyle (10 g) et de copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique (5 g) dans 16 g d'eau déionisée pour donner une solution de couche adhésive.

Dans une solution de 3 g de polyvinylpyrrolidone dans 14 g d'eau déionisée, on a dissous 15 g de sorbitol, 10 g de mélange d'ingrédients cosmétiques (note 2 de l'exemple 1), 1 g d'agent tensioactif non ionique (Tween 80 : mono-oléate de polyoxyéthylène (20) sorbitane), 0,4 g de sulfate d'aluminium et d'ammonium (0,062 % en poids d'aluminium), 0,8 g d'EDTA-2Na, 1,7 g d'urée et 0,1 g de méthylparabène.

La solution obtenue a été mélangée avec la solution de couche adhésive ci-dessus. Toute l'opération de mélange a été effectuée à 50 °C.

Ensuite, en suivant le mode opératoire de l'exemple 2, on a obtenu une feuille de masque.

#### EXEMPLE 4.

Une solution de polyacrylate d'ammonium à 25 % aqueuse (poids moléculaire moyen en poids : environ  $5 \times 10^3$ ) (15 g) a été mélangée avec une solution aqueuse (25 %) d'éther méthylvinyle/monoester maléique d'isopropyle (25 g) pour donner une solution de couche adhésive.

Dans une solution de 7 g d'alginate de sodium dans 24 g d'eau déionisée, on a dissous 15 g de sorbitol, 10 g de mélange d'ingrédients cosmétiques (note 2 de l'exemple 1), 1 g d'agent tensioactif non ionique (Tween 80 : mono-oléate de polyoxyéthylène (20) sorbitane), 0,4 g de sulfate d'aluminium et d'ammonium (0,062 % en poids d'aluminium), 0,8 g d'EDTA-2Na, 1,7 g d'urée et 0,1 g de méthylparabène.

La solution obtenue a été mélangée avec la solution de couche adhésive ci-dessus. La solution de couche adhésive ainsi obtenue a été appliquée sur une bande amovible à une épaisseur de 0,5 mm (première couche adhésive).

Par ailleurs, la solution de couche adhésive a été appliquée sur une bande amovible à une épaisseur de 0,5 mm (seconde couche adhésive).

5 Ces première et seconde couches adhésives ont été stratifiées de façon que les solutions de couche adhésive soient face à face pour donner une feuille de masque ayant deux couches adhésives.

#### EXEMPLE 5.

10 Une solution de polyacrylate d'ammonium à 25 % aqueuse (poids moléculaire moyen en poids : environ  $5 \times 10^3$ ) (25 g) a été mélangée avec une solution de copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique (10 g) dans 18 g d'eau déionisée pour donner une solution de couche adhésive.

15 Dans une solution de 3 g de polyvinylpyrrolidone et de 1,5 g d'alcool polyvinylique dans 19 g d'eau déionisée, on a dissous 10 g de glycérine, 5 de 1,3-butanediol, 2,2 g d'huile de menthe poivrée, 4 % de dichlophénac sodium, 1 g d'agent tensioactif non  
20 ionique (Tween 80 : mono-oléate de polyoxyéthylène (20) sorbitane), 0,35 g de sulfate d'aluminium et de potassium (0,035 % en poids d'aluminium), 0,85 g d'EDTA-2Na et 0,1 g de méthylparabène.

25 La solution obtenue a été mélangée avec la solution de couche adhésive ci-dessus. Toute l'opération de mélange a été effectuée à 50 °C.

Ensuite, en suivant le mode opératoire de l'exemple 2, on a obtenu une feuille de masque.

#### EXEMPLE 6.

30 Une solution d'acide polyacrylique à 25 % aqueuse (poids moléculaire moyen en poids : environ  $5 \times 10^3$ ) (20 g) a été mélangée avec une solution de copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique (10 g) dans



20 g d'eau déionisée pour donner une solution de couche adhésive.

Dans une solution de 10 g d'acide polyacrylique à 40 % dans 19 g d'eau déionisée, on a dissous 10 g de glycérine, 2,3 g d'huile de menthe poivrée, 4 % de dichlophénac sodium, 1 g d'agent tensioactif non ionique (Tween 80 : mono-oléate de polyoxyéthylène (20) sorbitane), 0,35 g de sulfate d'aluminium et de potassium (0,03 % en poids d'aluminium), 0,8 g d'EDTA-2Na et 0,1 g de méthylparabène. Ensuite, on a bien dispersé 10 g de kaolin et 1,5 g de dioxyde de titane. La solution de dispersion obtenue a été mélangée avec la solution de couche adhésive ci-dessus.

Ensuite, en suivant le mode opératoire de l'exemple 2, on a obtenu une feuille de masque.

#### EXEMPLE COMPARATIF 1.

Du polyacrylate de sodium (poids moléculaire moyen en poids : environ  $1 \times 10^5$ ) (15 g), 30 g de glycérine et 0,5 g de sulfate d'aluminium et de potassium (0,028 % d'aluminium) ont été mélangés de façon homogène dans un malaxeur, puis on y a ajouté une solution d'acide polyacrylique aqueuse à 20 % (15 g), de l'eau (28,5 g) et du Tween 80 (1 g). Le mélange a été parfaitement agité pour donner un mélange homogène, et un mélange d'ingrédients cosmétiques (note 2 de l'exemple 1) (10 g) y a été ajouté et a été émulsifié pour donner une solution de couche adhésive.

Ensuite, en suivant le mode opératoire de l'exemple 2, on a obtenu une feuille de masque.

#### EXEMPLE COMPARATIF 2.

Dans une solution de 2,0 g d'éther méthyl-vinyle/anhydride maléique et de 0,5 g d'acide citrique dans 18 g d'eau déionisée, on a ajouté 20 g de

kaolin, 3 g de dioxyde de titane, 5 g de gélatine, 3 g de polyacrylate de sodium, 1 g de sodiumcarboxyméthylcellulose, 5 g de latex de caoutchouc naturel, 5 g de latex styrène butadiène (latex SBR), 2,4 g de polybutène, 10 g du mélange d'ingrédients cosmétiques (note 2 de l'exemple 1) et 0,1 g d'antioxydants pour donner une solution de couche adhésive.

Ensuite, en suivant le mode opératoire de l'exemple 2, on a obtenu une feuille de masque.

#### 10 EXEMPLE COMPARATIF 3.

1,5 g de gélatine, 3 g de polyvinylpyrrolidone, 0,1 g de méthylparabène et 1 g d'urée ont été dissous dans 18,0 g d'eau déionisée à 50 °C, et on y a ajouté 5 g de 1,3-butylèneglycol, 2,2 g d'huile de menthe poivrée, 4 g de sodiumdichlophénac, 50 g de sorbitol et 0,5 g d'hydroxyde d'aluminium. On a ajouté un mélange de 6,7 g de 1,3-butylèneglycol, de 4 g de polyacrylate de sodium et de 4 g de sodiumcarboxyméthylcellulose au mélange ci-dessus pour donner une solution de couche adhésive.

Ensuite, en suivant le mode opératoire de l'exemple 2, on a obtenu une feuille de masque.

#### EXEMPLE EXPERIMENTAL 1

La mesure de l'adhésivité des feuilles de masque adhésives de la présente invention a été effectuée selon "PSTC".

#### Essai d'adhésivité (PSTC-1)

On a préparé les feuilles de masque adhésives des exemples 1, 2, 3 et 5 et de l'exemple comparatif 1, et deux adhésifs disponibles dans le commerce (JEIL PARF<sup>TM</sup> fabriqué par Jeil Pharmaceuticals Co., Ltd., Corée ; et DAEIL PAS<sup>TM</sup> fabriqué par Daeil Chemical Industries, Co., Ltd., Corée), tous ayant une dimension de 0,5 pouce x

20 cm. La bande amovible a été détachée de la couche adhésive à environ 10 cm, et les feuilles de masque ou adhésifs ont été placés sur une plaque en acier inoxydable. La plaque a été laminée avec un rouleau en caoutchouc (2,3 kg) deux fois. La puissance pour détacher la feuille de masque ou l'adhésif de la plaque à 180° a été mesurée en utilisant une machine d'essai universelle (SWICK) pour calculer la résistance au décollement. Les moyennes de mesures en triple sont présentées au tableau 1.

Essai d'adhérence (PSTC-6)

On a préparé les adhésifs des exemples 1, 2, 3 et 5 et de l'exemple comparatif 1, et deux adhésifs disponibles dans le commerce (JEIL PARF™ fabriqué par Jeil Pharmaceuticals Co., Ltd., Corée ; et DAEIL PAS™ fabriqué par Daeil Chemical Industries, Co., Ltd., Corée), tous ayant une dimension de 1,0 pouce x 30 cm. La bande amovible a été détachée de la couche adhésive, et les feuilles de masque ou adhésifs ont été fixés sur une plaque en verre plate de façon que la couche adhésive soit face vers le haut.

Un appareil à tester l'adhérence à bille roulante TT-10 (Chemsultants International) a été fixé à une extrémité des feuilles de masque ou adhésifs, et une bille de 5/16<sup>e</sup> de pouce a été projetée. La distance parcourue par la bille sur la couche adhésive a été déterminée. Les moyennes de mesures en triple sont présentées au tableau 1.

Tableau 1

	Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3	Ex. 5	Ex. C. 1	Jeil Parf™	Dacil PAS™
Adhésivité	125,7 ±	185,4 ±	176,9 ±	183,3 ±	74,7 ±	222,3 ±	48,6 ± 11,6
(g/pouce)	34,3	18,5	32,7	28,2	34,5	42,5	
Adhérence	2,80 ±	0,67 ±	2,25 ±	1,24 ±	3,98 ±	1,87 ± 0,35	4,35 ± 0,96
	0,84	0,27	0,75	0,34	1,44		

## EXEMPLE EXPERIMENTAL 2

5 Pour déterminer les propriétés d'adhésion des  
 feuilles de masque adhésives de l'invention et les  
 effets de l'application des feuilles sur la peau, on a  
 préparé les adhésifs des exemples 1 à 4, des exemples  
 comparatifs 1 et 2 et une feuille de masque cosmétique  
 10 disponible dans le commerce, qui ont une dimension  
 appropriée pour être appliqués sur le visage. Ces  
 feuilles à tester avaient des trous pour exposer les  
 yeux, le nez et les lèvres.

Chacune des feuilles, sauf la feuille de masque  
 15 disponible dans le commerce, a été appliquée sur le  
 visage de 10 volontaires pendant trois heures, et a été  
 évaluée quant à l'adhésivité à la peau, le résidu de  
 pâte laissé, la douleur lors du retrait, l'irritation  
 de la peau, les effets cosmétiques (effets émollients  
 20 et de rétention d'eau) pour trois grades : 0,  
 excellent ; , bon ; X, mauvais ou sans effet.

L'adhésif disponible dans le commerce a été  
 appliqué pendant 30 minutes.

En outre, la conservation de forme a aussi été  
 25 évaluée en laissant les feuilles à 60 °C pendant  
 24 heures. Le degré de réticulation a aussi été testé  
 en immergeant la feuille dans de l'eau à 60 °C pendant  
 3 heures sous agitation. Si la feuille se dissout dans

l'eau dans cette condition, la réticulation est mauvaise, alors que si la feuille est dispersée et gonflée, la réticulation est bonne.

Les résultats sont présentés au tableau 2.

5

Tableau 2

	Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3	Ex. 4	Ex. C. 1	Ex. C. 2	Commercia l
Adhésivité à la peau	O	O	O	O	O	X	
Résidu de pâte laissé	O	O	O	O		O	
Douleur au retrait	O	O	O	O	O	O	O
Irritation de la peau	O	O		O	O		O
Effets cosmétiques	O	O	O	O	O	X	O
Conservation de la forme à haute température	O	O	O	O		O	O
Réticulation	O	O	O	O	X	O	-
Rétention d'eau	O	O	O	O	O	X	X

Comme le montre le tableau 2, la feuille de l'exemple comparatif 2 contenant de la gélatine, de l'éther méthylvinyle/anhydride maléique en une quantité inférieure à 5 % en poids, et de l'acide polyacrylique présente une très mauvaise adhésivité à la peau.

#### EXEMPLE EXPERIMENTAL 3.

Afin d'examiner la pénétration percutanée des ingrédients actifs de la feuille de masque adhésive, les poils de l'aire dorsale d'un cochon d'Inde mâle, pesant environ 350 g, ont été rasés avec une tondeuse à cheveux, et l'aire dorsale rasée a été excisée et congelée à -20 °C.

L'échantillon de peau a été placé sur une lame en verre de cellule de diffusion de type Franz de façon que la couche cornée soit face vers le haut. Le

compartiment récepteur de la cellule a été rempli avec un tampon (= solution réceptrice) et la cellule a été maintenue à 37 °C. Les feuilles de masque adhésives des exemples 5 et 6 et de l'exemple comparatif 1 ont été appliquées sur la peau et la solution réceptrice a été agitée à 600 tr/mn. Après la période de temps prédéterminée, une partie de la solution réceptrice a été retirée périodiquement et remplacée avec un volume égal de solution fraîche.

La solution réceptrice prélevée de la cellule a été évaluée quant à la concentration du médicament qui y était contenu en utilisant la chromatographie liquide haute performance (CLHP). Les conditions de la CLHP étaient les suivantes :

Colonne : C<sub>18</sub>U (Waters Chromatography, Milton, Mass.)

Phase mobile : tampon méthanol:acétate de sodium 0,5 M (70/30, v/v)

Débit : 1,2 ml/mn

Détecteur : UV 280 nm

Tableau 3

	Exemple 5	Exemple 6	Ex. C. 1
Débit de médicament (µg/cm.h)	12,7 ± 1,3	8,4 ± 0,9	8,7 ± 0,5

On constatera que des modifications de cette invention peuvent être effectuées sans s'écarter de la portée essentielle de cette invention.

REVENDECATIONS

1. Feuille de masque adhésive constituée d'une couche de renfort (3), d'une bande amovible (2) et d'au moins une couche adhésive (1, 1') contenant des ingrédients actifs, une base adhésive, des alcools polyvalents, des sels métalliques polyvalents, éventuellement des stabilisateurs, éventuellement des charges et éventuellement des polymères hydrosolubles ou gonflables dans de l'eau,
- 5 caractérisée en ce que ladite base adhésive est constituée d'un copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou éther méthylvinyle/-anhydride maléique, et d'un acide polyacrylique ou de sels de celui-ci.
- 10 2. Feuille de masque adhésive selon la revendication 1, dans laquelle la quantité dudit acide polyacrylique ou des sels de celui-ci est entre 2 % en poids et 30 % en poids vis à vis du poids total de la couche adhésive (1, 1').
- 15 3. Feuille de masque adhésive selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle le poids moléculaire dudit acide polyacrylique ou de ses sels est dans la gamme de  $1 \times 10^3$  à  $5 \times 10^7$ .
- 20 4. Feuille de masque adhésive selon la revendication 1, dans laquelle la quantité de copolymère éther méthylvinyle/ester maléique de monoalkyle ou de copolymère éther méthylvinyle/anhydride maléique est dans la gamme de 5 % en poids à 20 % en poids vis à vis du poids total de la couche adhésive.
- 25

5. Masque adhésif selon la revendication 1 ou 4, dans lequel le poids moléculaire moyen dudit copolymère est entre  $1 \times 10^4$  et  $5 \times 10^5$ .



FIG. 1

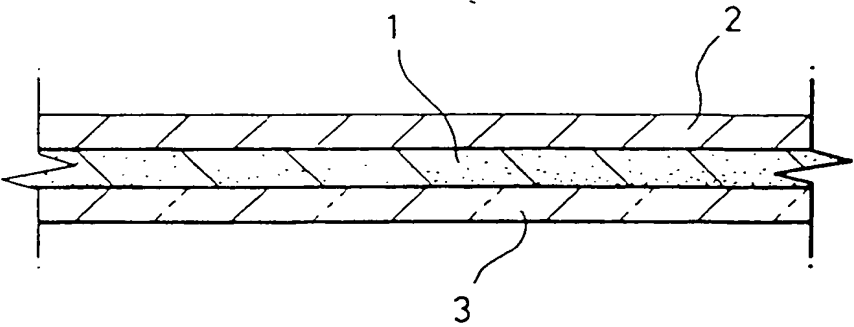
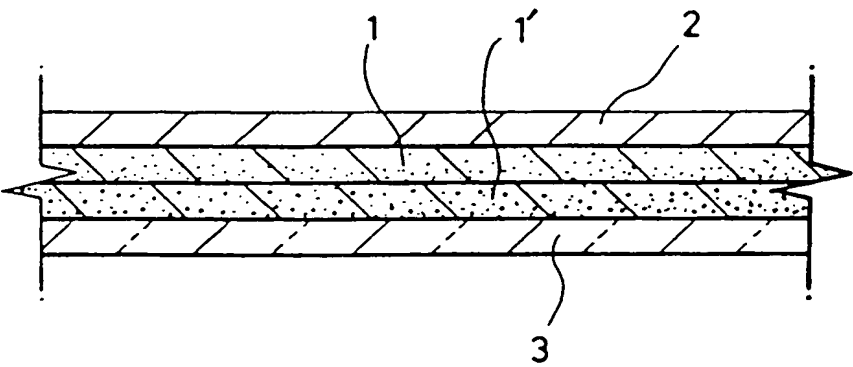


FIG. 2



INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

## RAPPORT DE RECHERCHE

## PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

FA 516402

FR 9506231

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	FR-A-2 522 006 (VALLEYLAB INC) 26 Août 1983 * revendications 61,71; exemple 44 * ---	1
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 008 no. 225 (C-247) ,16 Octobre 1984 & JP-A-59 110616 (RAION KK) 26 Juin 1984, * abrégé *	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 006 no. 149 (C-118) ,10 Août 1982 & JP-A-57 070817 (YAMANOUCHI PHARMACEUT CO LTD;OTHERS: 01) 1 Mai 1982, * abrégé *	1
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 81, no. 4, 29 Juillet 1974 Columbus, Ohio, US; abstract no. 14427d, 'water soluble adhesive' * abrégé * & JP-A-73 024 490 (MATSUTANI CHEM IND.) -----	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		A61K C09J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
6 Février 1996		Schueler, D
<b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b>		
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande I : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		